

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2004-277663

(43)Date of publication of application : 07.10.2004

(51)Int.Cl. C09K 11/08

C09K 11/64

C09K 11/80

(21)Application number : 2003-074580

(71)Applicant : NATIONAL INSTITUTE FOR
MATERIALS SCIENCE
SUMITOMO CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 18.03.2003

(72)Inventor : HIROSAKI NAOTO
MITOMO MAMORU
MIYAZAKI SUSUMU
KAIHARA TAKAYOSHI

(54) SIALON FLUORESCENT MATERIAL AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a fluorescent material without having brightness reduction by solving a problem such that conventional fluorescent material is excited by the irradiation of an exciting source such as light or an electric beam having a high energy and emits light, and as a result, the brightness of the fluorescent material decreases.

SOLUTION: The subject method for producing a sialon fluorescent material exhibiting a high brightness is provided by preparing a metal compound mixture capable of constituting the sialon fluorescent material containing a metal element M (M is ≥1 kind selected from the group consisting of Li, Ca, Mg, Y and lanthanide metals) by burning, and burning the mixture by keeping $\geq 2,000^{\circ}$ C and $\leq 2,400^{\circ}$ C temperature range under nitrogen atmosphere of ≥ 0.2 MPa and ≤ 100 MPa.

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-277663

(P2004-277663A)

(43) 公開日 平成16年10月7日(2004.10.7)

(51) Int.Cl.⁷

C09K 11/08
C09K 11/64
C09K 11/80

F 1

C09K 11/08
C09K 11/64
C09K 11/80

テーマコード(参考)

4H001

審査請求 未請求 請求項の数 10 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号
(22) 出願日

特願2003-74580 (P2003-74580)
平成15年3月18日 (2003.3.18)

(71) 出願人 301023238
独立行政法人物質・材料研究機構
茨城県つくば市千現一丁目2番1号
(71) 出願人 000002093
住友化学工業株式会社
大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号
(74) 代理人 100116089
弁理士 森竹 義昭
(74) 代理人 100090985
弁理士 村田 幸雄
(72) 発明者 広崎 尚登
茨城県つくば市千現一丁目2番1号 独立
行政法人物質・材料研究機構内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 サイアロン蛍光体とその製造方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】従来の蛍光体は、高エネルギーを有する光や電子線等励起起源を照射し、これによって励起されて発光するが、その結果、蛍光体の輝度が低下するという問題があった。そのため、輝度低下のない蛍光体が求められている。このような要望に応えうる蛍光体を提供しようと言うものである。

【解決手段】金属化合物であって焼成することにより、金属元素M (Mは、Li、Ca、Mg、Y、ランタニド金属からなる群から選ばれる1種類類以上である。)を含有するサイアロン蛍光物質を構成しうる混合物を調製し、0.2 MPa以上、100 MPa以下の窒素雰囲気中において、2000°C以上2400°C以下の温度範囲で保持して焼成することによって前記目的、すなわち高い輝度を示すサイアロン蛍光体を得るものである。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項1】

金属化合物の混合物であって焼成することにより、金属元素M（Mは、Li、Ca、Mg、Y、ランタニド金属からなる群より選ばれる1種以上である。）を含有するサイアロン蛍光物質を構成しうる混合物を、0.2MPa以上100MPa以下の圧力範囲の窒素中において、2000°C以上2400°C以下の温度範囲で保持して焼成することを特徴とするサイアロン蛍光体の製造方法。

【請求項2】

サイアロンが α サイアロンで、組成式；

$\{M_1(x_1), M_2(x_2), M_3(x_3)\} (Si, Al)_{12}(O, N)_{16}$
 (ただし、式中の M_1 はLiであり、 M_2 はCa、Mgおよび2価のランタニド金属からなる群より選ばれる1種以上であり、 M_3 はYおよび3価のランタニド金属からなる群より選ばれる1種以上であり、 x_1 は0以上2以下であり、 x_2 は0以上2以下であり、 x_3 は0より大きく2未満である)で表される酸窒化物である請求項1に記載のサイアロン蛍光体の製造方法。

【請求項3】

サイアロンが α サイアロンで、組成式；

$\{M_1(x_1), M_2(x_2), M_3(x_3), Ce(x_4)\} (Si, Al)_{12}(O, N)_{16}$
 (ただし、式中の M_1 はLiであり、 M_2 はCa、Mgおよび2価のランタニド金属からなる群より選ばれる1種以上であり、 M_3 はYおよび3価のランタニド金属(Ceを除く)からなる群より選ばれる1種以上であり、 x_1 は0以上2以下であり、 x_2 は0以上2以下であり、 x_3 は0以上2以下であり、 x_4 は0.2より大きく1.2未満である)で表される酸窒化物である請求項1または2に記載のサイアロン蛍光体の製造方法。

【請求項4】

$x_1 = 0$ 、 M_2 がCa、 M_3 がY、ランタニド金属からなる群より選ばれる1種類以上である請求項1ないし3のいずれか1項に記載のサイアロン蛍光体の製造方法。

【請求項5】

金属化合物の混合物の1から10重量%が α 型サイアロンである請求項1ないし4のいずれか1項に記載のサイアロン蛍光体の製造方法。

【請求項6】

金属化合物の混合物であって焼成することにより、M（Mは、Li、Ca、Mg、Y、ランタニド金属からなる群より選ばれる1種以上である。）を含有するサイアロン蛍光物質を構成しうる混合物を、0.2MPa以上100MPa以下の圧力範囲の窒素中において、2000°C以上2400°C以下の温度範囲で保持し、焼成することによって得られることを特徴としたサイアロン蛍光体。

【請求項7】

サイアロンが α サイアロンで、組成式；

$\{M_1(x_1), M_2(x_2), M_3(x_3)\} (Si, Al)_{12}(O, N)_{16}$
 (ただし、式中の M_1 はLiであり、 M_2 はCa、Mgおよび2価のランタニド金属からなる群より選ばれる1種以上であり、 M_3 はYおよび3価のランタニド金属からなる群より選ばれる1種以上であり、 x_1 は0以上2以下であり、 x_2 は0以上2以下であり、 x_3 は0より大きく2未満である)で表される酸窒化物である請求項6に記載のサイアロン蛍光体。

【請求項8】

サイアロンが α サイアロンで、組成式；

$\{M_1(x_1), M_2(x_2), M_3(x_3), Ce(x_4)\} (Si, Al)_{12}(O, N)_{16}$
 (ただし、式中の M_1 はLiであり、 M_2 はCa、Mgおよび2価のランタニド金属からなる群より選ばれる1種以上であり、 M_3 はYおよび3価のランタニド金属(Ceを除く

) からなる群より選ばれる 1 種以上であり、x1 は 0 以上 2 以下であり、x2 は 0 以上 2 以下であり、x3 は 0 以上 2 以下であり、x4 は 0.2 より大きく 1.2 未満である) で表される酸塩化物である請求項 6 または 7 に記載のサイアロン蛍光体。

【請求項9】

x1 = 0, M2 が Ca, M3 が Y、ランタニド金属からなる群より選ばれる 1 種類以上である請求項 6 から 8 のいずれか 1 項に記載のサイアロン蛍光体。

【請求項10】

金属化合物の混合物の 1 から 10 重量% が α 型サイアロンである請求項 6 ないし 9 のいずれか 1 項に記載のサイアロン蛍光体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、サイアロン蛍光体とその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

蛍光体は、蛍光表示管 (VFD)、フィールドエミッションディスプレイ (FED)、プラズマディスプレイパネル (PDP)、陰極線管 (CRT)、白色発光ダイオード (LED) などに用いられている。これらのいずれの用途においても、蛍光体を発光させるためには、蛍光体を励起するためのエネルギーを蛍光体に供給する必要があり、蛍光体は真空紫外線、紫外線、電子線、青色光などの高いエネルギーを有した励起源により励起されて、可視光線を発する。従って、蛍光体は前記のような励起源に曝された結果、蛍光体の輝度が低下するという問題点があり、従来のケイ酸塩蛍光体、リン酸塩蛍光体、アルミニン酸塩蛍光体、硫化物蛍光体などの蛍光体より輝度低下の少ない蛍光体として、サイアロン蛍光体が提案されている。

【0003】

このサイアロン蛍光体の製造方法としては、例えば、窒化ケイ素 (Si3N4)、窒化アルミニウム (AlN)、酸化ユーロピウム (Eu2O3) を所定のモル比となるように混合し、1 気圧 (0.1 MPa) の窒素中において 1700°C の温度で 1 時間保持して焼成して製造する方法が従来から行われている (例えば、特許文献 1 参照)。しかしながら、さらに高い輝度を示すサイアロン蛍光体が得られる製造方法が求められていた。

【0004】

【特許文献1】特開2002-363554号公報

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、従来のサイアロン蛍光体よりさらに高い輝度を示すサイアロン蛍光体とこの蛍光体の製造方法を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、かかる状況下、サイアロン蛍光体の製造方法について鋭意研究を重ねた結果、焼成することによりサイアロン蛍光体を構成しうる金属化合物混合物を、特定の圧力の窒素ガス中において、特定の温度範囲で焼成することにより、従来のものに比し輝度の高い特有な性質を有するサイアロン蛍光体を製造することができることを見出し、本発明を完成させるに至った。

【0007】

すなわち本発明の解決手段は、以下 (1) ~ (10) に記載の構成を講じてなるものである。

(1) 金属化合物の混合物であって焼成することにより、金属元素 M (M は、Li, Ca, Mg, Y、ランタニド金属からなる群より選ばれる 1 種類以上である。) を含有するサイアロン蛍光物質を構成しうる混合物を、0.2 MPa 以上 100 MPa 以下の圧力範囲の窒素中において、2000°C 以上 2400°C 以下の温度範囲で保持して焼成すること

を特徴とするサイアロン蛍光体の製造方法。

(2) サイアロンが α サイアロンで、組成式；

$\{M_1(x_1), M_2(x_2), M_3(x_3)\} (Si, Al)_{12} (O, N)_{16}$
 (ただし、式中の M_1 は Li であり、 M_2 は Ca 、 Mg および2価のランタニド金属からなる群より選ばれる1種以上であり、 M_3 は Y および3価のランタニド金属からなる群より選ばれる1種以上であり、 x_1 は0以上2以下であり、 x_2 は0以上2以下であり、 x_3 は0より大きく2未満である)で表される酸塗化物である前記(1)に記載のサイアロン蛍光体の製造方法。

(3) サイアロンが α サイアロンで、組成式；

$\{M_1(x_1), M_2(x_2), M_3(x_3), Ce(x_4)\} (Si, Al)_{12} (O, N)_{16}$
 (ただし、式中の M_1 は Li であり、 M_2 は Ca 、 Mg および2価のランタニド金属からなる群より選ばれる1種以上であり、 M_3 は Y および3価のランタニド金属(Ce を除く)からなる群より選ばれる1種以上であり、 x_1 は0以上2以下であり、 x_2 は0以上2以下であり、 x_3 は0以上2以下であり、 x_4 は0.2より大きく1.2未満である)で表される酸塗化物である前記(1)または(2)に記載のサイアロン蛍光体の製造方法。

(4) $x_1 = 0$ 、 M_2 が Ca 、 M_3 が Y 、ランタニド金属からなる群より選ばれる1種以上である前記(1)ないし(3)のいずれか1項に記載のサイアロン蛍光体の製造方法。

(5) 金属化合物の混合物の1から10重量%が α 型サイアロンである前記(1)ないし(4)のいずれか1項に記載のサイアロン蛍光体の製造方法。

(6) 金属化合物の混合物であって焼成することにより、金属元素M(Mは、 Li 、 Ca 、 Mg 、 Y 、ランタニド金属からなる群より選ばれる1種以上である。)を含有するサイアロン蛍光物質を構成しうる混合物を、0.2MPa以上100MPa以下の圧力範囲の窒素中において、2000°C以上2400°C以下の温度範囲で保持し、焼成することによって得られることを特徴としたサイアロン蛍光体。

(7) サイアロンが α サイアロンで、組成式；

$\{M_1(x_1), M_2(x_2), M_3(x_3)\} (Si, Al)_{12} (O, N)_{16}$
 (ただし、式中の M_1 は Li であり、 M_2 は Ca 、 Mg および2価のランタニド金属からなる群より選ばれる1種以上であり、 M_3 は Y および3価のランタニド金属からなる群より選ばれる1種以上であり、 x_1 は0以上2以下であり、 x_2 は0以上2以下であり、 x_3 は0より大きく2未満である)で表される酸塗化物である前記(6)に記載のサイアロン蛍光体。

(8) サイアロンが α サイアロンで、組成式；

$\{M_1(x_1), M_2(x_2), M_3(x_3), Ce(x_4)\} (Si, Al)_{12} (O, N)_{16}$
 (ただし、式中の M_1 は Li であり、 M_2 は Ca 、 Mg および2価のランタニド金属からなる群より選ばれる1種以上であり、 M_3 は Y および3価のランタニド金属(Ce を除く)からなる群より選ばれる1種以上であり、 x_1 は0以上2以下であり、 x_2 は0以上2以下であり、 x_3 は0以上2以下であり、 x_4 は0.2より大きく1.2未満である)で表される酸塗化物である前記(6)または(7)に記載のサイアロン蛍光体。

(9) $x_1 = 0$ 、 M_2 が Ca 、 M_3 が Y 、ランタニド金属からなる群より選ばれる1種類以上である前記(6)ないし(8)のいずれか1項に記載のサイアロン蛍光体。

(10) 金属化合物の混合物の1から10重量%が α 型サイアロンである前記(6)ないし(9)のいずれか1項に記載のサイアロン蛍光体。

【0008】

【発明の実施の形態】

以下に本発明について詳しく説明する。

本発明の製造方法においては、金属化合物の混合物であって焼成することにより、特定の金属元素Mを含有するサイアロンを構成しうる混合物を、0.2MPa以上100MPa

以下の圧力範囲の窒素中において、2000°C以上2400°C以下の温度範囲で保持して焼成する。

【0009】

特定の金属元素は、Li、Ca、Mg、Y、ランタニド金属からなる群より選ばれる1種以上であり、それら以外の金属元素では高い輝度のサイアロン蛍光体とはならない。

【0010】

焼成の雰囲気は実質的に窒素からなる。特に酸素は実質的に含まれていない（酸素含有量が0.1体積%以下）窒素である。アルゴンやヘリウム等の希ガスは1体積%程度含まれてもよいが、窒素に希ガスが多く含有される場合は、窒素分圧が変わり、目的とするサイアロン蛍光体の合成が難しくなり、好ましくない。焼成に用いる窒素としては、純度が99.9体積%以上のものが好ましい。

【0011】

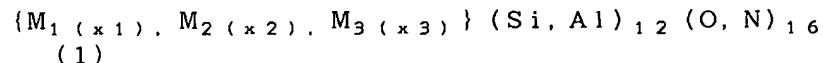
焼成の雰囲気である窒素の圧力は、本発明の製造方法においては、0.2MPa以上100MPa以下の範囲であり、2MPa以上70MPa以下の範囲が好ましく、10MPa以上50MPa以下の範囲がさらに好ましい。圧力が小さすぎると、高い輝度を示すサイアロン蛍光体が得られず、高すぎると、工業的生産を行う上で不利となる。

【0012】

本発明の製造方法においては、焼成温度は2000°C以上2400°C以下の温度範囲であり、好ましくは2100°C以上2300°C以下の温度範囲である。焼成温度が2000°C未満または2400°Cを超えると、高い輝度を示すサイアロン蛍光体が得られなくなる。

【0013】

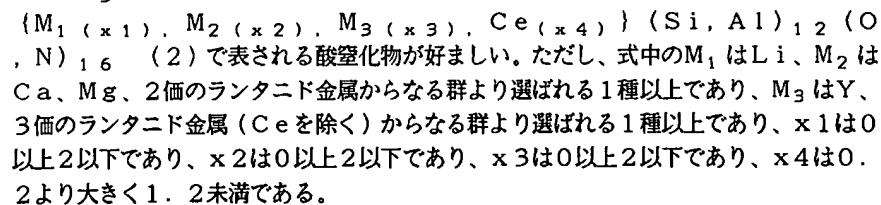
ここで本発明の製造方法により製造されるサイアロン蛍光体は、Siを含む酸窒化物で付活剤として、Ce、Pr、Nd、Pm、Sm、Eu、Tb、Dy、Ho、Er、Tmからなる群より選ばれる1種以上を含有する化合物であり、 α 型サイアロンが輝度が高いので好ましく、組成式：



で表される酸窒化物が好ましい。ただし、式中のM₁はLi、M₂はCa、Mg、2価のランタニド金属からなる群より選ばれる1種以上であり、M₃はY、3価のランタニド金属からなる群より選ばれる1種以上であり、x₁は0以上2以下であり、x₂は0以上2以下であり、x₃は0より大きく2未満である。

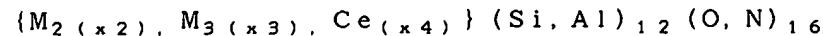
【0014】

また、M₃のランタニド金属の中でCeを含有していることが好ましいので、組成式：



【0015】

さらに、x₁=0で、M₂がCaおよび/またはM₃がY、ランタニド金属からなる群より選ばれる1種以上がさらに好ましいので、組成式：



で表される酸窒化物からなるサイアロン蛍光体がより好ましい。ただし、式中のM₂はCa、Mg、2価のランタニド金属からなる群より選ばれる1種以上であり、M₃はY、Ceを除く3価のランタニド金属からなる群より選ばれる1種以上であり、x₂は0以上2以下であり、x₃は0以上2以下であり、x₄は0.2より大きく1.2未満である。

【0016】

本発明の製造方法において、金属化合物の混合物であって焼成することによりサイアロン

を構成しうる混合物を製造するために用いることができる金属化合物としては、S i、A 1、L i、C a、M g、Y、ランタニド金属の化合物のうち、焼成による分解反応や酸化反応等によって酸化物を生成する化合物、酸窒化物、窒化物が挙げられる。焼成による分解反応や酸化反応等によって酸化物を生成する化合物としては、炭酸塩、シュウ酸塩、硝酸塩、水酸化物、含水水酸化物、オキシ水酸化物等を挙げることができる。

【0017】

S i 化合物、A 1 化合物として最も好ましいのはそれぞれ窒化ケイ素、窒化アルミニウムであり、いずれも、平均粒径 1 μm 以下の粉末が好ましい。なお、窒化ケイ素は α 型、 β 型でもどちらでも同様に用いることができる。また、金属化合物の混合物のなかに、 α 型または β 型サイアロンを 1 から 10 重量% 混在することもできる。特に、 α 型サイアロン粉末を 1 から 10 重量% 原料粉末に混合したものは、焼成後の α サイアロンの生成割合が高くなり、蛍光体としての発光強度も向上する。これは、添加した α サイアロン粉末が核となってこの周りに α サイアロンが結晶成長するためである。添加量が 1 重量% 以下では添加の効果が少ない。10 重量% 以上添加しても、 α 型サイアロンの生成率はそれ以上向上しないため、工業的見地から 10 % 以下が望ましい。

【0018】

これらの化合物の混合には、例えばボールミル、振動ミル、V型混合機、攪拌機等の通常工業的に用いられている装置を用いることができる。次に、得られた混合物を前記条件で焼成する。焼成に用いる炉は、焼成温度が高温であり焼成雰囲気が窒素であることから、金属抵抗加熱方式または黒鉛抵抗加熱方式であり、炉の高温部の材料として炭素を用いた電気炉が好適である。

【0019】

焼成して得られたサイアロン蛍光体は、例えばボールミル、ジェットミル等の工業的に通常用いられる粉碎機により粉碎することができる。また、洗浄、分級することができる。また、得られる蛍光体の輝度をさらに向上させるために、再焼成を行うこともできる。

【0020】

本発明の製造方法により得られるサイアロン蛍光体は、従来のサイアロン蛍光体より高い輝度を示し、励起源に曝された場合の蛍光体の輝度の低下が少ないので、VFD、FED、PDP、CRT、白色LEDなどに好適に有するサイアロン蛍光体である。

【0021】

【実施例】

次に本発明を以下に示す実施例によってさらに詳しく説明するが、これはあくまでも本発明を容易に理解するための一助として開示したものであって、本発明は、これらの実施例に限定されるものではない。

【0022】

実施例 1 :

組成式 $\text{Ce}_{0.5}(\text{Si}, \text{Al})_{1.2}(\text{O}, \text{N})_{1.6}$ で表される化合物を得るべく、平均粒径 0.5 μm 、酸素含有量 0.93 重量%、 α 型含有量 9.2% の窒化ケイ素粉末と窒化アルミニウム粉末と酸化セリウムとを、各々 7.1、8.9 重量%、1.4、5.4 重量%、1.3、5.7 重量% となるように秤量し、さらに窒化ケイ素粉末と窒化アルミニウム粉末と酸化セリウムの合計量を 100 重量部としたときに 5 重量部となる量の Y 含有 α 型サイアロン粉末を、n-ヘキサンを用いて湿式ボールミルにより 2 時間混合した。ロータリーエバボレータにより n-ヘキサンを除去し、得られた混合物を金型を用いて 20 MPa の圧力を加えて成形し、直径 12 mm、厚さ 5 mm の成形体とした。この成形体を窒化ホウ素製のつぼに入れて黒鉛抵抗加熱方式の電気炉にセットした。焼成の操作は、まず、拡散ポンプにより焼成雰囲気を真空とし、室温から 800°C まで毎時 500°C の速度で加熱し、500°C で純度が 99.9 体積% の窒素を導入して圧力を 30 MPa とし、毎 500°C で 200°C まで昇温し、2200°C で 2 時間保持して行った。焼成後、得られたものをメノウの乳鉢を用いて粉碎し、得られた粉末の X 線回折パターンを調べた結果、 α サイアロンが生成していることがわかった。この粉末に、波長 365 nm の光を発するランプで照射

した結果、青色に発光することを確認した。この粉末の吸収スペクトルおよび発光スペクトルを蛍光分光光度計を用いて測定した結果、この粉末は、図1に示すように370nmに励起スペクトルのピークがあり、370nmの紫外線による励起による発光スペクトルにおいて、480nmの青色光にピークがある蛍光体であることがわかった。また、365nmの紫外線励起による発光強度は42000であった。

通常は、Ceだけを含有する α サイアロンを合成することは困難であるが、原料粉末中に α サイアロン粉末を加える本方法によれば、添加した α サイアロン粉末が結晶成長のための核となって、焼成後の α サイアロンの生成割合が向上した。

【0023】

実施例2~8:

原料にY含有 α 型サイアロン粉末を混合しないこと以外は、実施例1と同様に行った。表1に記した金属種M、およびその含有量xの α -サイアロンを得るべく、表1に記した重量のとおり原料を混合し、表2に記した焼成条件で焼成した。得られた粉末について生成相を調べた。表2に記したように、各化合物の生成相は α -サイアロンであった。また、この粉末に、波長365nmの光を発するランプで照射した結果、青色に発光することを確認した。この粉末の励起スペクトルおよび発光スペクトルを蛍光分光光度計を用いて測定した結果、この粉末は、図1に示すような、480nm付近をピークとする青色光を強度が高い発光を示した。また、365nmの紫外線励起による発光強度を表2に記した。

【0024】

比較例1~6:

実施例と同様に、表1に記した金属種M、およびその含有量xの α -サイアロンを得るべく、表1に記した重量のとおり原料を混合し、表2に記した焼成条件で焼成した。得られた粉末について生成相を調べた。表2に記したように、比較例5以外の化合物の生成相は主に β -サイアロンであった。また、この粉末に、波長365nmの光を発するランプで照射した結果、青色にわずかに発光することを確認した。この粉末の365nmの紫外線励起による発光強度を表2に記した。

【0025】

比較例7:

上記実施例1を従来の α サイアロンの製造に用いられる製造法である1800°C以下、プラズマ活性ホットプレス法により、Ce付活 α サイアロン蛍光体を合成した。この粉末に、波長365nmの光を発するランプで照射した結果、青色にわずかに発光することを確認した。この粉末の365nmの紫外線励起による発光強度を表2に記した。

【0026】

【表1】

実施例および比較例での原料重量およびパラメータ

実施例	原料(重量部)								
	M2:Ca x2	M3:Y x3	Ce x4	α サイア ロン粉	Si3N4	AlN	CeO2	Y2O3	CaCO3
1	0	0	0.5	5	71.89	14.54	13.57	0	0
2	0	0.5	0.5	0	73.61	14.89	6.95	4.56	0
3	0.5	0	0.5	0	76.57	12.43	6.96	0	4.04
4	1	0	0.5	0	68.61	16.84	6.73	0	7.82
5	1.5	0	0.5	0	61.14	20.97	6.52	0	11.37
6	1	0	1	0	57.11	22.75	12.74	0	7.4
7	0.5	0	0.5	0	73.99	14.97	6.98	0	4.06
8	0.5	0	0.5	0	73.99	14.97	6.98	0	4.06

比較例	原料(重量部)								
	M2:Ca x2	M3:Y x3	Ce x4	α サイア ロン粉	Si3N4	AlN	CeO2	Y2O3	CaCO3
1	0	0	0.5	0	71.89	14.54	13.57	0	0
2	0	0	0.5	5	71.89	14.54	13.57	0	0
3	0	0	0.5	5	71.89	14.54	13.57	0	0
4	0.5	0	0.5	0	76.57	12.43	6.96	0	4.04
5	0.5	0	0.5	0	76.57	12.43	6.96	0	4.04
6	0.5	0	0.5	0	76.57	12.43	6.96	0	4.04
7	0	0	0.5	5	71.89	14.54	13.57	0	0

【0027】

【表2】

実施例および比較例の製造条件と発光特性

実施例	焼成条件			365nm励起発光		
	窒素圧(MPa)	焼成温度(°C)	時間(hr)	生成相	波長(nm)	強度
1	30	2200	2	α サイアロン > β	476	42000
2	30	2200	2	α サイアロン	480	60000
3	30	2200	2	α サイアロン	480	58000
4	30	2200	2	α サイアロン	478	40000
5	30	2200	2	α サイアロン	478	38000
6	30	2200	2	α サイアロン	476	44000
7	10	2000	8	α サイアロン	480	45000
8	1	2000	8	α サイアロン	480	59000

比較例	焼成条件			365nm励起発光		
	窒素圧(MPa)	焼成温度(°C)	時間(hr)	生成相	波長(nm)	強度
1	30	2200	2	β	480	8000
2	30	1900	2	β	481	6000
3	30	2300	2	β > α サイアロン	480	7000
4	30	1900	2	β	475	5000
5	30	2300	2	α サイアロン	476	7000
6	0.1	2000	2	β > α サイアロン	477	6000
7	1	1800	2	α サイアロン > β	476	8400

【0028】

【発明の効果】

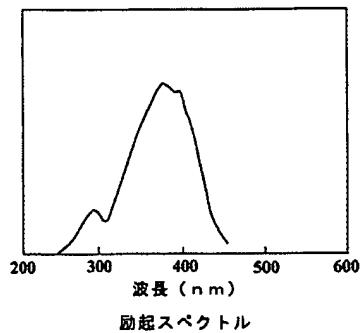
本発明の製造方法により得られるサイアロン蛍光体は、従来のサイアロン蛍光体より高い輝度を示し、励起源に曝された場合の蛍光体の輝度の低下が少ないので、VFD、FED、PDP、CRT、白色LEDなどに好適であるので、工業的に極めて有用である。

【図面の簡単な説明】

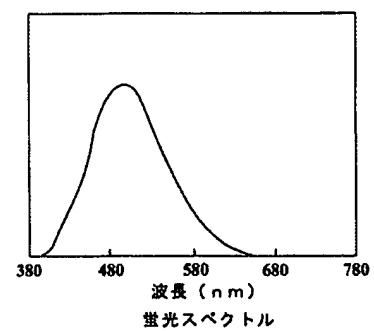
【図1】Ce含有 α 型サイアロン(実施例1)の蛍光スペクトル

【図2】Ce含有 α 型サイアロン(実施例1)の励起スペクトル

【図1】



【図2】



(72)発明者 三友 譲

茨城県つくば市千現一丁目2番1号 独立行政法人物質・材料研究機構内

(72)発明者 宮崎 進

茨城県つくば市北原6 住友化学工業株式会社内

(72)発明者 梶原 隆義

茨城県つくば市北原6 住友化学工業株式会社内

F ターム(参考) 4H001 CA04 CF02 XA00 XA03 XA07 XA08 XA12 XA13 XA14 XA20

XA39 XA58 YA39 YA58 YA59 YA60 YA61 YA62 YA63 YA65

YA66 YA67 YA68 YA69